

①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

①2 Offenlegungsschrift  
①0 DE 41 19 453 A 1

⑤1 Int. Cl.<sup>5</sup>:  
G 01 N 30/60

②1 Aktenzeichen: P 41 19 453.5  
②2 Anmeldetag: 13. 6. 91  
④3 Offenlegungstag: 17. 12. 92

DE 41 19 453 A 1

⑦1 Anmelder:  
Thyssengas GmbH, 4100 Duisburg, DE

⑦4 Vertreter:  
König, R., Dipl.-Ing. Dr.-Ing.; Bergen, K., Dipl.-Ing.,  
Pat.-Anwälte, 4000 Düsseldorf

⑦2 Erfinder:  
Wismann, Günter, 4650 Gelsenkirchen, DE; Kedeinis,  
Harald, 4100 Duisburg, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Prozeßgaschromatograph

⑤7 Prozeßgaschromatograph mit mehreren unterschiedlich gefüllten Adsorptions-Desorptions-Säulen, in den Zu- und Ableitungen der Säulen angeordneten Ventilen zum wahlweisen Umschalten der Reihenfolge der nacheinander durchströmten Adsorptions-Desorptions-Säulen, mindestens einer vorgeschalteten Feuchtigkeitsabsorptionssäule und mindestens einem der Feuchtigkeitsabsorptionssäule und/oder den Adsorptions-Desorptions-Säulen vor- und/oder nachgeschalteten Drosselement zum Dämpfen der beim Umschalten der Ventile entstehenden Druckstöße.

DE 41 19 453 A 1

Die Erfindung betrifft einen Prozeßgaschromatograph, wie er beispielsweise für Erdgasanalysen benutzt wird. Aus den ermittelten Meßwerten lassen sich wichtige Stoffdaten wie Brennwert, Normdichte und K-Zahl errechnen. Zu diesem Zweck wird eine Gasprobe, d. h. ein Gemisch verschiedener Gase, mittels eines Heliumstroms durch ein System von Adsorptions-Desorptions-Säulen geführt. Aufgrund von Adsorptions- und Desorptionsvorgängen an den mit unterschiedlichen Materialien gefüllten Säulen bewegen sich die Gasbestandteile verschieden schnell durch die Säulen, treten daher zu verschiedenen Zeiten aus diesen aus und können somit einzeln untersucht werden. Zum Trennen der verschiedenen Bestandteile werden die mit unterschiedlichen Materialien gefüllten Säulen in unterschiedlichen Anordnungen hintereinander geschaltet, was sich mittels durch ein Zeitprogramm geschalteter Mehrwegeventile erreichen läßt. Beim Umschalten der Ventile treten jedoch schlagartige Druckänderungen auf.

Besonders heftige Druckstöße ergeben sich beim Umschalten in einer, den Adsorptions-Desorptions-Säulen vorgeschalteten Feuchtigkeitsabsorptionssäule. Deren Aufgabe besteht darin, vor Beginn der Gastrennung Feuchtigkeitsspuren aus dem Gas-Helium-Strom zu entfernen und zurückzuhalten.

Die Füllung der Feuchtigkeitsabsorptionssäulen besteht aus pulverförmigem Material mit einer Teilchengröße von etwa 0,1 mm. Sowohl die Adsorptions-Desorptionssäule als auch die Feuchtigkeitsabsorptionssäule werden je nach Ventilstellung in der einen oder der anderen Richtung durchströmt.

Beim Betrieb der Prozeßgaschromatographen treten nach einiger Zeit Laufzeitverschiebungen bei den einzelnen Erdgaskomponenten auf, was zum Ausfall der Messung führt. Um den Prozeßgaschromatographen wieder einsatzfähig zu machen, müssen die Feuchtigkeitsabsorptionssäule und/oder die Adsorptions-Desorptions-Säulen nach einer Betriebszeit von drei bis zehn Wochen ausgetauscht werden.

Da die Prozeßgaschromatographen im eichpflichtigen Verkehr zu Abrechnungszwecken zugelassen sind und daher unter amtlicher Verplombung betrieben werden, verursachen notwendig werdende Reparatur- und Wartungsarbeiten, wie das Auswechseln der Säulen, erhebliche Schwierigkeiten und Kosten.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, den Prozeßgaschromatographen so zu verbessern, daß sich die Betriebszeiten der Adsorptions-Desorptions-Säulen und der Feuchtigkeitsabsorptionssäule verlängern und dementsprechend das Auswechseln dieser Säulen erst zu einem vergleichsweise späten Zeitpunkt erforderlich wird.

Ausgehend von dieser Aufgabenstellung wird bei einem Prozeßgaschromatographen der eingangs erwähnten Art vorgeschlagen, daß der Feuchtigkeitsabsorptionssäule und/oder den Adsorptions-Desorptions-Säulen vor- und/oder erfindungsgemäß mindestens ein Drosselelement nachgeschaltet ist.

Die Erfindung geht von der Überlegung aus, daß die kurzen Betriebszeiten der Adsorptions-Desorptions-Säulen und/oder der Feuchtigkeitsabsorptionssäule nicht auf eine Verschmutzung durch das Erdgas, sondern auf eine Pulverisierung der Säulenfüllungen infolge der systembedingten Druckstöße zurückzuführen sind, das dabei entstehende Feinmaterial in nachgeordnete Geräteteile vordringt und die festgestellten Schäden

verursacht. Zwar lassen sich die systembedingten Druckstöße durch weitreichende Änderungen am Gerät, wie Verwendung anderer Säulenarten, Einbau von langsam schaltenden Ventilen und einen hohen Steuerungsaufwand umgehen, jedoch müßte dann die eichamtliche Zulassung des Prozeßgaschromatographen neu beantragt werden, was zu einem aufwendigen behördlichen Verfahren führen würde.

Der Einbau der erfindungsgemäßen kleinen Drosselelemente, die den Druckwechsel verlangsamen und die Druckstöße dämpfen, ist indessen unbedenklich. Als Drosselelemente kommen Nadelventile oder Rohrverengungen, beispielsweise in Form einer Kapillare, in Frage.

Das Drosselelement kann aus einem Drosselfilter bestehen, da sich auf diese Weise nicht nur eine Drosselung erreichen, sondern auch ein Austragen ggf. entstehender Feinstäube verzögern läßt. Der Drosselfilter kann aus einem mit Filtermaterial, insbesondere Glaswatte, gefüllten Rohrstück bestehen, dessen Länge, Durchmesser und Füllung sich den jeweiligen Erfordernissen anpassen läßt.

Die erfindungsgemäßen Drosselfilter sind kostengünstig und lassen sich auf einfache Weise in einen Prozeßgaschromatographen einbauen. Nach einem achtzehnmönatigen Versuchsbetrieb mit erfindungsgemäßen Drosselfiltern wurden keine Anzeichen für eine Verschlechterung der Meßergebnisse festgestellt, so daß die Länge eines Wartungsintervalles bei mehr als einem Jahr entsprechend mehr als 36 000 Analysenzyklen liegt. Mit dem erfindungsgemäßen Drosselfilter ist somit eine erhebliche Kostenersparnis verbunden.

Die Erfindung wird nachstehend anhand eines in der Zeichnung dargestellten Ausführungsbeispiels des näheren erläutert.

Ein nur schematisch dargestellter Gaschromatograph besteht aus einer Feuchtigkeitsabsorptionssäule 1 und Adsorptions-Desorptions-Säulen 2 bis 7, in deren Ein- und Ausgängen Umschaltventile 8 angeordnet sind, mittels derer sich die Reihenfolge der nacheinander durchströmten Adsorptions-Desorptions-Säulen 2 bis 7 und die Strömungsrichtung in der Feuchtigkeitsabsorptionssäule 1 wahlweise umschalten läßt. In den Zu- und Ableitungen der Feuchtigkeitsabsorptionssäule 1 sowie der Adsorptions-Desorptionssäule 2 sind Drosselelemente 9 in Form von mit Glaswatte gefüllten Rohrstücken angeordnet. Derartige Drosselfilter können auch in den Zu- und Ableitungen der Adsorptions-Desorptions-Säulen 3 bis 7 angeordnet sein.

Die durch das Umschalten der Ventile 8 entstehenden Druckstöße werden durch die Drosselfilter 9 so gedämpft, daß es nicht zu Auswirkungen auf die Füllungen der Säulen 1 bis 7 kommt und sich dementsprechend keine oder nur noch äußerst langsam ablaufende Veränderungen der Wirkungsweise der Säulengruppen 1 bis 7 eintreten.

Dem Prozeßgaschromatographen wird ein Gemisch aus Erdgas und Helium zugeleitet. Dieses Gemisch durchströmt die Säulengruppen 1 bis 7 und tritt alsdann in eine Meßvorrichtung 10 ein, die die einzelnen Gasbestandteile aufgrund ihrer unterschiedlichen Laufzeiten durch die Säulengruppen 1 bis 7 analysiert und registriert.

Eine Zeitprogrammsteuerung dient dazu, die Umschaltventile 8 in der gewünschten Reihenfolge zu betätigen.

Statt eines Drosselfilters lassen sich auch Nadelventile, Rohrverengungen, insbesondere in Form von Kapil-

5

## 5

- 10

40

45

50

55

60

65

